

ПУБЛИКАЦИИ ПО АНАЛИТИКЕ В ЖУРНАЛЕ "ЗАВОДСКАЯ ЛАБОРАТОРИЯ" (№№1-3 за 2000 год)

Ю.М.Полежаев

Уральский государственный технический университет
620002, Екатеринбург, Мира, 19

В указанных номерах журнала "Заводская лаборатория" по аналитике опубликована 21 статья. Распределение статей по методам анализа приведено ниже.

1. О ЖУРНАЛЕ "ЗАВОДСКАЯ ЛАБОРАТОРИЯ"

Журнал "Заводская лаборатория" на пороге 21 столетия. Н.П.Лякишев. № 1, С.3-4.

Тематику публикаций журнала "Заводская лаборатория" характеризуют методы химического анализа, исследования, испытания материалов, контроль продукции, состояния водного и воздушного бассейнов. Содержание журнала всегда отражало достижения науки и практики в химическом анализе веществ и материалов, исследовании их структуры и свойств. И в дальнейшем журналу следует своевременно корректировать содержание в соответствии с требованием времени и научно-технического прогресса.

Химический анализ на пороге нового тысячелетия. Ю.А.Карпов. № 1, С.5-6.

Автор комментирует содержание журнала "Заводская лаборатория" и его изменения за время издания (журнал был основан в 1932 году). В дальнейшем следует ожидать, что сохранится значение аналитического контроля веществ и материалов, определяющих экспортный потенциал страны. Увеличатся масштабы исследований химического состава пищевых продуктов, напитков, лекарств, возрастет роль клинического анализа. Получит развитие бытовая аналитика, необходимая в повседневном контроле насе-

Полежаев Юрий Михайлович - заведующий кафедрой аналитической химии Уральского государственного технического университета, доктор химических наук, профессор.

Область научных интересов: химия, технология и анализ веществ и материалов на основе редких металлов.

Автор свыше 400 научных и методических публикаций, в том числе 48 авторских свидетельств.

лением окружающей среды и пищевых продуктов. Усилится роль хеометрики и обеспечения качества химического анализа.

2. АНАЛИЗ ГИДРОСФЕРЫ

Окисляемость как

обобщенный показатель качества вод (обзор).

Ю.М. Дедков, С.Ю. Кельина, О.В.Елизарова. № 1, С.12-19.

Проанализированы методы определения окисляемости. Показано, что поскольку показатели биохимического потребления кислорода (БПК) и химического потребления кислорода (ХПК) имеют разное смысловое содержание и не обязательно коррелируют по величине, при определении показателя ХПК необходимо добиваться полного окисления содержащихся в воде примесей. При неполном окислении примесей, особенно при непостоянстве полноты окисления, показатель ХПК теряет свою информативность. Наиболее приемлемо определение бихроматной окисляемости по арбитражной методике. Любые отклонения от арбитражной методики ведут к несопоставимости результатов определения бихроматной окисляемости.

3. ФИЗИКО-ХИМИЧЕСКИЕ МЕТОДЫ АНАЛИЗА

3.1. Вольтамперометрический анализ

Аналитический контроль водоочистки: инверсионное вольтамперометрическое переннотокное определение флокулянта КФ-91. С.И.Петров, Ж.В.Иванова. № 2, С.8-10.

Показана возможность инверсионного вольтамперометрического определения флокулянта КФ-91 (2-метил-N-метилпиридинийполивинилметилсульфат) катионитного типа. Методика основана на подавлении тока анодного растворения кадмия (DН) в присутствии КФ-91 в режиме инверсионной вольтамперометрии переменного тока с использованием ртутно-графитового электрода и 2 М раствора NaCl в качестве фонового электролита. Аналитическая функция DН от концентрации КФ-91 подобна кривым для изотермы адсорбции Лангмюра.

3.2. Хроматографический анализ

Применение ионной хроматографии в ликеро-водочном производстве. Определение переходных металлов. О.Н.Обрезков, В.А.Толкачева, Г.И.Зайканова, В.А.Ямников, О.В.Крохин, С.Р.Жуков, О.А.Шпигун. № 1, С.19-22.

Показана возможность ионохроматографического определения Fe, Cd, Co, Mn, Cu, Ni, Pb и Zn в ликеро-водочной продукции. Разработанная методика включает предварительное концентрирование, разделение на сульфокатионообменнике и послеколоночную реакцию со спектрофотометрическим детектированием. Результаты ионохроматографического определения хорошо согласуются с данными атомно-абсорбционного анализа.

Определение массовых концентраций 2,3,7,8-тетрахлордибензо-п-диоксина и 2,3,7,8-тетрахлордибензофурана в винилхлориде. Л.Н.Чернова, Ю.А.Комина, З.Ф.Шарафисламова, Ф.Ф.Хизбуллин. № 2, С.17-19.

Описана методика определения 2,3,7,8-тетрахлордибензо-п-диоксина (ТХДД) и 2,3,7,8-тетрахлордибензофурана (ТХДФ) в винилхлориде с помощью капиллярной газовой хроматографии в сочетании с масс-спектрометрией в режиме ион-селективного детектирования. Диапазон определяемых массовых концентраций 2,3,7,8-ТХДД и 2,3,7,8-ТХДФ составляет от 2 до 50 пг/г.

Автоматическое газохроматографическое определение углеводородного состава и показателей качества автомобильных бензинов. С.М.Бычков, С.В.Гацлиха, А.Н.Коваленко, А.Л.Мазаник, С.В.Черепица, Д.Е.Кузменков, Я.Л.Лучинина, Н.Н.Премако. № 2, С.58-66.

Разработана автоматизированная система газохроматографического детального анализа углеводородов и показателей качества бензинов. По результатам только одного газохроматографического измерения образца бензина, длящегося порядка 70 мин, можно определить такие важные его характеристики, как: детальный углеводород-

ный и групповой углеводородный состав (соответствуют ASTM 5134), содержание ароматических соединений (соответствует ГОСТ 6994 и ASTM 5580), содержание непредельных углеводородов (соответствует ГОСТ 8997 и 2070), фракционный состав (соответствует ГОСТ 2177 и ASTM D86), детонационная стойкость, выраженная октановым числом по исследовательскому (соответствует ГОСТ 8226 и ASTM 2699) и моторному методу (соответствует ГОСТ 51.1 и ASTM 2700), давление насыщенных паров (соответствует ГОСТ 1756 и ASTM 2889), плотность (соответствует ГОСТ 3900 и ASTM 4052.3900). Опыт эксплуатации системы в ЦЗЛ ОАО "Мозырского НПЗ" и ГЭКЦ МВД РБ показал ее высокую степень автоматизации и стабильность в работе. Методика газохроматографического определения параметров автомобильных бензинов аттестована в Госстандарте Республики Беларусь (МВИ. МН 998-99).

3.3. Атомно-абсорбционный анализ

Предварительное концентрирование хрома (III) и висмута при определении их микроколичеств в природных и сточных водах. Н.Н.Басаргин, В.Ю.Аникин, В.Д.Салихов, Ю.Г.Розовский. № 2, С.14-17.

Изучены аналитические и физико-химические характеристики процесса сорбции хрома (III) и висмута полимерными и хелатными сорбентами. Определены оптимальные условия, при которых степень извлечения элемента из раствора составляет 100 %. Установлена корреляция типа pK_1 ФАГ сорбента – pH_{30} сорбции элемента. Описан экспрессный метод предварительного концентрирования, выделения Cr и Bi полистирол-азосалициловой кислотой и атомно-абсорбционного определения этих элементов в элюате на уровне их содержаний в природных и сточных водах $n \cdot 10^{-4}$ – $n \cdot 10^{-7}$ %, с погрешностью $s_r = 0,04-0,06$.

Способ учета влияния матрицы при атомно-абсорбционном определении малых содержаний элементов методом добавок. М.Н.Горлова, Г.И.Фридман. № 2, С.21-23.

Описан способ количественного учета матрицы в случае ее значительного влияния при атомно-абсорбционном определении малых концентраций элементов методом добавок.

3.4. Инфракрасная спектроскопия

Исследование аналитических возможностей инфракрасной Фурье-спектрометрии на примере определения примесей полипропиленгликоля и алифатического гликолевого эфира в воде. О.Ю.Бегак, А.В.Бородин. № 2, С.3-7.

Теоретически и экспериментально исследованы аналитические возможности инфракрасной

Фурье-спектрометрии (точность измерений и пределы обнаружения) на примере определения примесей полипропиленгликоля и алифатического гликолевого эфира в пресных природных водах. Предложен простой алгоритм оценки сходимости измерений на Фурье-спектрометре и пределов обнаружения, использующий всего три экспериментальных параметра: отношение сигнал/шум, величину пропускания и чувствительность определения анализируемого компонента.

3.5. Спектрометрия диффузного отражения

Определение нитрит-ионов с применением пенополиуретанов С.Г.Дмитриенко, О.А.Свиридова, С.Б.Белоусова, Л.Н.Пяткова, Ю.А.Золотов. № 2, С. 10-13.

Показано, что под действием нитрит-ионов в присутствии хлористоводородной кислоты пенополиуретаны диазотируются по концевым аминогруппам с образованием окрашенных в желтый цвет продуктов реакции. Функция Гуревича-Кубелки-Мунка диазотированных пенополиуретанов линейно связана с концентрацией нитрит-ионов в водном растворе, что позволило применить для их определения спектроскопию диффузного отражения. Предел обнаружения составляет 0.02 мкг/мл. Предложена тест-система на основе пенополиуретанов для обнаружения и полуколичественного определения нитрит-ионов от 0.5 до 20 мкг/мл.

4. ФИЗИЧЕСКИЕ МЕТОДЫ АНАЛИЗА

4.1. Атомно-эмиссионный анализ

Разработка методики анализа алюминия с использованием атомно-эмиссионного спектрометра "ЭМАС-200Д" М.Н.Коваленко, В.А.Чекан, Л.В.Маркова, В.В.Коледа, А.Ф.Турутин. № 1, С.22-24

Показана возможность проведения анализа первичного и технически чистого алюминия при дуговом режиме возбуждения спектра на атомно-эмиссионном спектрометре "ЭМАС-200Д" при использовании одного комплекта стандартных образцов. Предложенная методика позволяет определять содержание примесей и идентифицировать марку алюминия с достаточной степенью точности.

Газоразрядный эмиссионный спектральный газоанализатор "АЗОТ-02" и его применение. В.Б.Борисов, В.М.Немец, Д.А.Прохоров, А.А.Соловьев. № 3, С. 15-16.

Дано описание усовершенствованной модели спектрального эмиссионного газоанализатора для определения микропримеси азота в аргоне в диапазоне концентраций от 1 до 200 ppm. При-

бор позволяет анализировать газ как в баллоне, так и в технологической линии при давлении газа до 150 атм.

4.2. Рентгенофлуоресцентный анализ

Сравнение вариантов уравнений способа стандарта-фона при рентгенофлуоресцентном определении макрокомпонентов в порошковых пробах Т.О.Павлова, А.Л.Финкельштейн, В.К.Воронов. № 3, С.6-9.

Сопоставлены уравнения, рекомендуемые в литературе для расчета содержаний в способе стандарта-фона при рентгенофлуоресцентном анализе на примере определения макросодержаний (> 1 % масс.) Sr, Ba в карбонатах и Ta, Nb в концентратах руд. Сопоставление выполнено на модельном эксперименте с расчетными интенсивностями флуоресцентного и рассеянного излучения с учетом эффекта абсорбционной неоднородности порошковых проб и по измерениям образцов известного состава. На основании расчетных данных сделан вывод о предпочтительности некоторых из рассмотренных типов уравнений для моделей порошков тонкого или грубого помола. Экспериментальные данные в общих чертах согласуются с расчетными, что позволяет делать обоснованный выбор на основании теоретических расчетов.

Рентгенофлуоресцентное определение высоких содержаний элемента способом стандарта-фона. Ш.И.Дуймакаев, А.Л.Цветянский. № 3, С.9-12.

Теоретически и экспериментально обоснован вариант способа стандарта-фона, который позволяет по сравнению с ранее известными не накладывать ограничений на диапазон изменения содержания определяемого элемента, учитывать зависимость коэффициента рассеяния от общего элементного состава и при этом прост в реализации.

4.3. Масс-спектрометрический анализ

Применение углеродного полотна в качестве подложки мишени во вторично-эмиссионной масс-спектрометрии Г.В.Карачевцев, Г.Б.Прончев. № 2, С.20-21.

На вторично-эмиссионном масс-спектрометре проведены испытания мишени из углеродного полотна, на которое наносится анализируемый раствор. Записаны масс-спектры раствора аминокислоты DL-треонина в глицерине и раствора нитрата меди в глицерине. Показано, что ионы, включающие молекулы аминокислоты и атомы меди, имеют значительную интенсивность. Дополнительные ионы из подложки не зарегистрированы. Уширение линий масс-спект-

ра за счет зарядки мишени не наблюдается.

4.4. Фазовый анализ

Определение количественного содержания фаз в гидроксиде алюминия. А.А.Ламберов, Р.Г.Романова, В.А.Шустов. № 3, С.3-6.

Предложена простая и доступная методика количественного определения фазового состава гидроксида алюминия, основанная на определении отношения интегральной интенсивности рентгеновской интерференционной линии псевдобемита к интегральной интенсивности рентгеновского излучения, рассеянного в диапазоне углов 2θ , который включает пик псевдобемита и часть пика аморфной фазы. Показана возможность применения методики для анализа гидроксидов алюминия, состоящих из псевдобемита и аморфной фазы.

4.5. Прочие методы анализа

Обратное рассеяние тяжелых ионов – новый метод анализа наноструктур. Л.Е.Кузьмин, А.М.Казанцев. № 3, С.12-14.

Разработан новый метод диагностики наноструктур – обратное рассеяние тяжелых ионов (ОРТИ) при энергии 0,5-1 МэВ. Предложены способы определения необходимых параметров взаимодействия ионов с веществом. Разрешение метода по глубине составляет ~ 1 нм, предел обнаружения – 10^9 - 10^{11} ат/см².

5. МЕТРОЛОГИЯ, СТАНДАРТИЗАЦИЯ И СЕРТИФИКАЦИЯ В АНАЛИЗЕ

Российская система метрологического

обеспечения качества аналитических измерений состава легких и жаропрочных сплавов Г.И.Фридман, Н.Д.Веллер. № 2, С.66-68.

Изложены основные принципы создания и функционирования локальной системы метрологического обеспечения аналитических измерений при производстве легких и жаропрочных сплавов.

6. УСТРОЙСТВА И РЕКОМЕНДАЦИИ

Малогабаритный безопасный дистиллятор. В.П.Зеленов, С.В.Поляков, А.П.Вандель. № 3, С.17-18.

Описана конструкция малогабаритного (производительность 1,1 л/ч) электродного дистиллятора. Конструкция проста в изготовлении, удобна в эксплуатации, позволяет получать воду в соответствии с показателями ГОСТ 6709-72.

Метод компактного представления градуировочного графика с линейным масштабом шкал для широкодиапазонных приборов. Н.С.Белов, А.Ф.Кузьмин. № 2, С.23-24.

Совместить наглядность особенностей многодекадной экспериментальной линейной зависимости с компактностью ее графического изображения возможно с помощью ступенчатой системы прямоугольных координат с линейным масштабом шкал. Ступенчатый график удобен для представления характеристик широкодиапазонной аппаратуры в проспектах, на плакатах и в иллюстрациях печатных изданий.

* * * * *